

**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей  
и благополучия человека**

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Измерение концентраций вредных веществ  
в воздухе рабочей зоны**

**Сборник методических указаний  
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07**

**Выпуск 49**

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 **Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16

Тираж 500 экз.

Печ. л. 14,0  
Заказ

Федеральная служба по надзору  
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека  
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5,7

Оригинал-макет подготовлен к печати  
отделом издательского обеспечения  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

## Содержание

Введение.....	5
Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07.....	6
Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07.....	30
Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07.....	43
Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафтalenил]-4-гидрокси-N-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07.....	53
Измерение массовых концентраций N-[[гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1H)-ил]амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07.....	63
Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1H-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07.....	74
Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07.....	84
Измерение массовых концентраций (±)-дис-1-Ацетил-4-[4-[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1H-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07.....	97
Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07.....	112
Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07.....	130
Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07.....	146

МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глокопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 .....	156
Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомойл)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 .....	166
Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 .....	179
Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметиламиноэтаноламина), 1,4-дизабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноломина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 .....	190
Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноломина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 .....	205
Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 .....	215

## Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563-96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1-6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.1314-03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

17 августа 2007 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение массовых концентраций  
диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны  
методом газовой хроматографии**

Методические указания  
МУК 4.1.2256—07

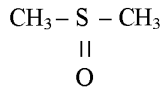
---

**1. Область применения**

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нём диметилсульфоксида (ДМСО) методом газовой хроматографии в диапазоне массовых концентраций 5,0—50,0 мг/м<sup>3</sup>

**2. Характеристика вещества**

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>OS

2.3. Молекулярная масса 78,13

2.4. Регистрационный номер CAS 67-68-5

2.5. *Физико-химические свойства:* ДМСО представляет собой прозрачную маслянистую бесцветную жидкость T<sub>кип</sub> 189 °С; T<sub>пл</sub> 18,45 °С. Плотность 1,100 г/см<sup>3</sup> при 20 °С. Растворим в воде, этаноле, эфирах и

ряде других органических растворителей. Гигроскопичен, стоек к действию щелочей. При окислении образует диметилсульфон.

Агрегатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

2.6. *Токсикологическая характеристика:* Малотоксичен. В картине отравления (большими дозами) преобладают явления угнетения центральной нервной системы. Вызывает гемолиз и гемоглобинурию. Способен проникать через все биологические барьеры; усиливает проникновение через них других химических и лекарственных веществ. Класс опасности четвертый.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) ДМСО в воздухе рабочей зоны – 20 мг/м<sup>3</sup>.

### 3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности  $P = 0,95$ , не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующего диапазона измерений.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности и повторяемости

Диапазон измерений массовых концентраций ДМСО в воздухе рабочей зоны, мг/м <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma$ %	Показатель правильности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , %	Предел повторяемости, $r$ , % $n = 2$ $P = 0,95$
От 5 до 50 вкл	7,5	20	25	21

Значения показателей точности методики используют при: оформлении результатов, выдаваемых лабораторией оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний; оценке возможности использования результатов при реализации методики в конкретной лаборатории.

### 4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации ДМСО в воздухе рабочей зоны выполняют газохроматографическим методом с использованием пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб воздуха осуществляется с концентрированием на фильтр АФА-ХА-10 и в дистиллированную воду.

Нижний предел измерения содержания ДМСО в хроматографируемом объеме пробы – 0,005 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации ДМСО в воздухе – 10 мг/м<sup>3</sup> при отборе 7,5 дм<sup>3</sup> воздуха.

Метод селективен для производства синтетических волокон в присутствии сопутствующих веществ. Определению не мешают диметилформамид, диметилацетамид, нитрил акриловой кислоты, метиловый эфир акриловой кислоты.

## 5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы реактивы

### 5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Газовый хроматограф, модель «Кристалл 2000 М» с пламенно-ионизационным детектором (ДИП), и с программно-аппаратурным комплексом для приема и обработки хроматографических пиков «Хроматэк аналитика».

Колонка капиллярная длиной 25 м с внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной неподвижной фазы 0,25 мкм. Неподвижная фаза – ПЭГ 20М (ZBWAX), фирма Zebron, США

Аспиратор для отбора проб воздуха модель 822. Предел основной относительной погрешности ±5 %.

ТУ 64-1-862—82

Весы лабораторные ВЛР – 200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

ГОСТ 24104—2001

Гири. Набор (1—100) г

ГОСТ 7328—2001

Микрошприц МШ-10, погрешность 1 %.

ТУ 2.833.106

Термометр лабораторный, ТЛ-2 (0-55) °С, цена деления 0,1 °С

ГОСТ 29224—91

Барометр-анероид М-67

ТУ 2504-1797—95

Колба мерная 2-50-2

ГОСТ 1770—74

Колба мерная 2-100-2

ГОСТ 1770—74

Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-1

ГОСТ 29227—91

Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-2

ГОСТ 29227—91

Пипетка градуированная 1(2,3)-2-2-5

ГОСТ 29227—91



Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Поглотительные приборы с пористой пластинкой	ТУ 25.11-1136—75
Стакан В-1-50-ТС	ГОСТ 23336—82
Фильтры АФА-ХА-10	ТУ 95-1892—89
Фильтродержатель ИРА-10	ТУ 95.72.05—77

### 5.2. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Диметилсульфоксид хч, содержание основного вещества не менее 99,5 %	ТУ 6-09-5109—83
Газ-носитель – азот из баллона	ГОСТ 9293—74
Водород технический, марка Б	ГОСТ 3022—80
Сжатый воздух для питания детектора	ГОСТ 17433—80

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной МВИ.

## 6. Требования безопасности

6.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с токсическими, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.3. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

6.4. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15Мра (150 кгС/см<sup>3</sup>) необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (Утверждены постановлением Госгортехнадзора России № 91 от 11.06.2003 и ГОСТ 12.2.085—2002). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

## 7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, изучивших методику выполнения измерений и владеющих

техники работы на используемых при этом средствах измерений и оборудовании.

## 8. Условия измерений

8.1. При проведении измерений в лаборатории должны быть выполнены следующие условия:

- температура окружающего воздуха  $(20 \pm 5)$  °С;
- относительная влажность не более 80 % при температуре воздуха 25 °;
- атмосферное давление (84–106) кПа.

8.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку измерительной аппаратуры, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Приготовление основного стандартного раствора № 1 ДМСО в дистиллированной воде.

Основной стандартный раствор № 1 ДМСО готовят весовым методом. Взвешивают мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> с 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, вносят несколько капель ДМСО и снова взвешивают. По разности результатов взвешивания определяют навеску вещества Q, мкг. Раствор доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение 1 месяца.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор № 2 ДМСО с массовой концентрацией 50 мкг/см<sup>3</sup> готовят разбавлением X см<sup>3</sup> основного стандартного раствора № 1 дистиллированной водой в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Величину X вычисляют по формуле:

$$X = C_2 \cdot V_1 \cdot V_2 / Q, \text{ где}$$

$V_1$  – объем колбы с основным стандартным раствором № 1, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем колбы с рабочим стандартным раствором № 2, см<sup>3</sup>;

$C_2$  – концентрация рабочего стандартного раствора № 2, мкг/см<sup>3</sup>;

Q – навеска ДМСО в основном стандартном растворе № 1, мкг.

Раствор устойчив в течение 1 недели в холодильнике.

9.1.3. Градуировочные растворы ДМСО в дистиллированной воде с концентрацией от 5 до 50 мкг/см<sup>3</sup> готовят соответствующим разбавле-

нием рабочего стандартного раствора № 2 в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

### 9.2. Подготовка прибора

Хроматограф и хроматографическую колонку готовят к работе согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

### 9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика от концентрации ДМСО устанавливают методом абсолютной градуировки по серии растворов. Серию, состоящую из пяти градуировочных растворов и холостой пробы, готовят в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Для этого в соответствии с таблицей № 2 в каждую колбу вносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора № 2 с концентрацией ДМСО 50 мкг/см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Градуировочные растворы устойчивы в течение 1 дня.

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ДМСО**

№ градуировочного раствора	Объем рабочего стандартного раствора ДМСО № 2 с массовой конц. 50 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	Объем дистиллированной воды, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация градуировочного раствора, ДМСО, мкг/см <sup>3</sup>	Содержание ДМСО в хроматографируемом объеме раствора, мкг
1	0	25,0	0	0
2	2,5	22,5	5	0,005
3	5,0	20,0	10	0,010
4	10,0	15,0	20	0,020
5	20,0	5,0	40	0,040
6	25,0	0,0	50	0,050

Для построения градуировочной характеристики по 1 мм<sup>3</sup> каждого раствора вводят с помощью шприца в хроматограф.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура, °С: колонки	140
испарителя	200
детектора	150

Расход, азота, см <sup>3</sup> /мин	30
деление потока газа-носителя	1 : 20
Расход, см <sup>3</sup> /мин	
водорода	20
воздуха	200
Объем анализируемой пробы, мм <sup>3</sup>	1
Время удерживания ДМСО, мин	5,72

По полученным данным строят градуировочную характеристику, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию ДМСО в мкг/см<sup>3</sup>, по оси ординат – соответствующие ей значения площади пика ДМСО см<sup>2</sup>. Градуировочную характеристику проверяют один раз в смену, а также после замены узлов хроматографа. Для этого в хроматограф вводят пробу градуировочного раствора с минимальной концентрацией ДМСО и выполняют измерения в точном соответствии с прописью методики. Относительное допустимое расхождение максимального и минимального значений площадей пиков определяемого компонента (ДМСО) составляет 10 %.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки с минимальной массовой концентрацией определяемого компонента (ДМСО) следующего условия:  $X - X_a \leq \Delta_{гр}$ , где

$X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации ДМСО в образце для градуировки, мкг/см<sup>3</sup>;

$X_a$  – аттестованное значение массовой концентрации ДМСО в образце для градуировки, мкг/см<sup>3</sup>;

$\Delta_{гр} = 0,10 \cdot X_a$  – рекомендуемое значение погрешности установления градуировочной характеристики. При реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории значение  $\Delta_{гр}$  целесообразно оценить по результатам экспериментальных данных, полученных с использованием конкретного экземпляра средства измерений.

При невыполнении этого условия прибор переградуировуют.

#### 9.4. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», п. 2 контроль соответствия максимальным ПДК.

Воздух с объемным расходом 2 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтродержатель с фильтром АФА-ХА-10 и два поглотителя с пористой пластинкой, содержащие по 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Для измерения 0,5 ПДК ДМСО следует отобрать 7,5 дм<sup>3</sup> воздуха. Срок хранения отобранных проб одни сутки в холодильнике.

### 10. Выполнение измерения

После отбора пробы фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан, заливают содержимым поглотительных приборов и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Фильтр отжимают, раствор переносят в стакан. Затем фильтр повторно обрабатывают 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Экстракты объединяют. Степень десорбции с фильтра – 98 %.

1 мм<sup>3</sup> полученного экстракта вводят в хроматограф микрошприцем через самоуплотняющуюся мембрану. Записывают хроматограмму пробы в условиях п. 9.3.

По полученным значениям площадей пиков ДМСО по градуировочной характеристике находят массовую концентрацию ДМСО в экстракте пробы в мкг/см<sup>3</sup>. Проводят два параллельных определения раствора пробы. Результаты измерения следует выражать тремя значащими цифрами.

Если концентрация ДМСО в растворе пробы превышает 50 мкг/см<sup>3</sup> (50 мг/м<sup>3</sup> в воздухе), то его разбавляют таким образом, чтобы концентрация разбавленного раствора была в пределах от 5 до 50 мкг/см<sup>3</sup>.

### 11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию ДМСО в воздухе рабочей зоны С (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot B}{V_{20}}, \text{ где}$$

$a$  – массовая концентрация ДМСО в растворе пробы, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см<sup>3</sup>;

$B$  – общий объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_{20}$  – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, дм<sup>3</sup>, (см. прилож. 1).

За результат анализа ( $C$ ) принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений ( $C_1$  и  $C_2$ ), расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости ( $r$ ) для двух результатов параллельных определений приведены в табл. 3.

При превышении предела повторяемости ( $r$ ) необходимо дополнительно получить еще один результат определения. Если при этом размах ( $C_{max} - C_{min}$ ) трех результатов параллельных определений равен или меньше значения критического диапазона  $CR_{0,95}(3)$ , то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных определений. Значения критического диапазона  $CR_{0,95}(3)$  для трех результатов параллельных определений приведены в табл. 3.

Если размах ( $C_{max} - C_{min}$ ) больше значения критического диапазона  $CR_{0,95}(3)$ , то в качестве окончательного результата может быть принята медиана трех результатов определений. Кроме того, целесообразно выяснить причины появления неприемлемых результатов параллельных определений.

Таблица 3

**Значения предела повторяемости и критического диапазона при доверительной вероятности  $P = 0,95$**

Диапазон измерений, мг/м <sup>3</sup>	Предел повторяемости (допускаемые расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %	Критический диапазон (допускаемые расхождения трех результатов параллельных определений) $CR_{0,95}(3)$ , %
От 5 до 50 вкл.	21	25

## 12. Оформление результатов анализа

Результат измерения ( $C$ ) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$C \pm \Delta, P = 0,95, \text{ где}$$

$\Delta$  – показатель точности методики. Значения показателя точности методики рассчитываются по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot C$$

Значения  $\delta$  приведены в табл. 1.

**Примечание** – при представлении результата измерения в документах, выдаваемых лабораторией, указывают: количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерения;

способ определения результата измерения (среднее арифметическое значение или медиана параллельных определений).

В случае, если ДМСО в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация ДМСО в воздухе рабочей зоны менее 5,0 мг/м<sup>3</sup> (более 50 мг/м<sup>3</sup>).

### **13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории**

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образца для контроля.

Образцы для контроля представляют собой объединенные экстракты с добавкой определяемого компонента.

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = |C - C_a|, \text{ где}$$

$C$  – результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в образце для контроля;

$C_a$  – аттестованное значение определяемого компонента в образце для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta'_n, \text{ где}$$

$\Delta'_n$  – абсолютное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики,

соответствующее аттестованному значению определяемого компонента (ДМСО) в образце для контроля, без учета погрешности используемых средств отбора проб.

Значение  $\Delta_{\text{л}}^{\text{г}}$  рассчитывают по формулам:

$$\Delta_{\text{л}}^{\text{г}} = 0,01 \cdot \delta_{\text{л}}^{\text{г}} \cdot C_{\text{а}}; \quad \delta_{\text{л}}^{\text{г}} = \sqrt{\delta_{\text{л}}^2 - \theta_{\text{отб}}^2}, \text{ где}$$

$\theta_{\text{отб}}$  – погрешность используемых средств отбора пробы;

$C_{\text{а}}$  – аттестованное значение массовой концентрации определяемого компонента в образце для контроля;

$\delta_{\text{л}}$  – относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики. Значение  $\delta_{\text{л}}$  приводят в протоколе согласно МИ 2335.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$K_{\text{к}} \leq K$$

При невыполнении этого условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

#### ***14. Нормы затрат времени на анализ***

Время проведения анализа 6 проб, включая отбор проб, 2 ч 30 мин.

Методика выполнения измерения разработана: ЗАО Алгама НИЦ «ЭКОС», Москва; Испытательный центр ФГУП «ВНИИСВ», г. Тверь Самсонова Т. И., Подольская Т. И., Пантаева В. М., Нерсесова А. Ф.